

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(A n'utiliser que pour
le classement et les
commandes de reproduction).

14 362-EP
S-R
2.186.221

②1 N° d'enregistrement national :
(A utiliser pour les paiements d'annuités,
les demandes de copies officielles et toutes
autres correspondances avec l'I.N.P.I.)

72.19154

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

1^{re} PUBLICATION

- ②2 Date de dépôt 29 mai 1972, à 15 h 49 mn.
④1 Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. - «Listes» n. 2 du 11-1-1974.
- ⑤1 Classification internationale (Int. Cl.) A 61 k 7/00.
- ⑦1 Déposant : Société dite : JOHNSON & JOHNSON, résidant aux États-Unis d'Amérique.
- ⑦3 Titulaire : *Idem* ⑦1
- ⑦4 Mandataire : Cabinet Madeuf, Ingénieurs-Conseils.
- ⑤4 Poudre de toilette et son procédé de fabrication.
- ⑦2 Invention de : Ian Warwick Sloan et Alan Elliott.
- ③3 ③2 ③1 Priorité conventionnelle :

La présente invention concerne une poudre de toilette et notamment une poudre très douce.

La présente invention crée une poudre de toilette ayant un coefficient de frottement cinétique inférieur d'au moins 5 %, de
5 préférence d'au moins 10 % et mieux d'au moins 14 % au coefficient de frottement cinétique du talc de Venise 00000 (qui constitue le talc du commerce le plus doux et le meilleur) ces coefficients étant déterminés selon le procédé ci-après.

L'invention se rapporte également à une poudre de toilette
10 constituée d'un substrat particulière, de préférence du talc de Venise dont au moins une partie des particules a été au moins partiellement revêtue d'une silicone contenant des motifs siloxane, de préférence des motifs diméthylsiloxane, la silicone constituant au moins 0,3 % en poids et de préférence de 0,3 à
15 1,5 % en poids de la poudre.

La poudre de toilette suivant l'invention est très lisse du fait du revêtement de silicone. De plus, elle est naturellement hydrophobe et confère ce caractère à la peau, ce qui réduit à la fois le contact de l'humidité avec la poudre et la peau
20 et par conséquent les effets d'un tel contact. En particulier, lorsque le substrat est revêtu à 100 % de silicone, l'humidité ne peut extraire de produit alcalin des particules de substrat si bien que la présence d'un agent tampon est inutile.

De préférence, la poudre de toilette de l'invention contient un parfum à une concentration, par exemple de 0,05 à 1,5 %
25 du poids de la poudre parfumée. De préférence, le parfum doit être pratiquement exempt d'alcools ou d'autres composés capables de former des liaisons hydrogène avec les particules du substrat.

L'invention crée également un procédé de fabrication d'une
30 poudre de toilette parfumée comme décrit plus haut consistant à (a) parfumer un substrat particulière et (b) revêtir au moins partiellement au moins une partie des particules du substrat parfumé d'une silicone.

L'invention concerne donc une poudre de toilette contenant
35 un parfum, préparée en revêtant au moins partiellement d'une silicone au moins une partie des particules d'un substrat particulière parfumé.

Une poudre de toilette parfumée réalisée selon le procédé de l'invention conserve son parfum pendant des durées prolongées.

Le stade (a) consiste à mélanger le parfum et le substrat, par exemple en tamisant le substrat et en pulvérisant le parfum sur les particules tombant du tamis puis en mélangeant pour assurer une répartition régulière du parfum.

- 5 Le stade (b) consiste à mélanger le substrat parfumé et la silicone, par exemple en pulvérisant la silicone sur le substrat en mélangeant, puis en mélangeant encore après la fin de la pulvérisation pour assurer une répartition régulière de la silicone.

- 10 L'importance du revêtement des particules de substrat parfumées immédiatement après la réalisation du stade (b) peut être aussi faible que 20 % (déterminée selon le procédé décrit ci-après) mais ce revêtement s'élève à 100 % au cours de la conservation, même si un tel revêtement à 100 % n'a pas été obtenu immédiatement après le stade (b). La durée de conservation nécessaire pour obtenir un revêtement à 100 % est généralement de 14
15 jours, mais elle peut atteindre un mois.

- La silicone utilisée dans le procédé de l'invention peut être linéaire, cyclique ou constituée d'un mélange de ces deux types. Par exemple, on peut utiliser un alkylpolysiloxane, un
20 alkylarylpolysiloxane, un alkylfluoropolysiloxane ou un alkylarylfluoropolysiloxane, par exemple le diméthylpolysiloxane, le méthyl-hydrogène-polysiloxane, le phénylméthylpolysiloxane ou leurs mélanges. On préfère le diméthylpolysiloxane et bien que le méthyl-hydrogène-polysiloxane donne d'excellents revête-
25 ments, son utilisation peut être dangereuse car il libère de l'hydrogène lors du traitement de revêtement. La silicone peut avoir une viscosité de 5 à 200 cSt à 25°C, de préférence de 5 à 50 cSt, mais on préfère que cette viscosité soit d'environ 10 cSt.

- 30 Le substrat particulière peut être organique, par exemple constitué d'amidon ou de stéarate de magnésium mais on préfère un substrat minéral tel que le talc, en particulier le talc de Venise, et mieux la qualité 00000 ; du kaolin, du carbonate de calcium, du kieselguhr et de la terre à foulon.

- 35 On utilise le procédé suivant pour déterminer la quantité du substrat particulière revêtu de silicone. On place 75 ml d'eau dans un entonnoir à séparation de forme haute de 250 ml et on ajoute 15g. de substrat revêtu de silicone, par exemple de talc. On agite doucement l'entonnoir 12 fois et on laisse le
40 contenu déposer. Les particules revêtues ou pratiquement revê-

tues de silicone flottent ; les particules non revêtues ou pratiquement non revêtues tombent au fond. On introduit dans un bécher le substrat mouillé, on rajoute 75 ml d'eau et on agite à nouveau 12 fois l'entonnoir. Après sédimentation, on sépare à nouveau le substrat mouillé. On filtre le substrat recueilli dans les deux extractions sur un creuset taré en verre fritté qu'on place ensuite dans un four à 105°C pendant 24 heures. On pèse le creuset, l'augmentation de poids étant due au substrat non revêtu.

10 Par conséquent :

$$\% \text{ de substrat revêtu de silicone} = 100 - \left[\frac{\text{Poids du résidu}}{15} \right] \times 100$$

On utilise l'appareil et le procédé suivant pour déterminer le coefficient de frottement cinétique (nature glissante) d'une poudre de toilette selon l'invention. L'appareil utilisé est une plaque de base horizontale en Perspex (marque déposée) de 66 x 15 cm. fixée à un arbre entraîné par un moteur à vitesse constante à 5tr/mn. Une plaque supérieure en Perspex (17 x 10 cm.) sur laquelle on a fixé un poids de 500 g est placée sur la plaque de base et attachée par deux morceaux de corde à la branche mobile d'un ressort en acier en forme de U inversé, l'autre branche étant fixe, et on mesure la déviation du ressort en utilisant un micromètre à cadran placé contre le bras mobile. La surface supérieure de la plaque de base et la surface inférieure de la plaque supérieure sont recouvertes d'un ruban de tissu adhésif auto-collant double face.

On saupoudre abondamment les surfaces adhésives avec de la poudre de toilette et on brosse doucement avec un pinceau de 5 cm jusqu'à ce que toutes les surfaces soient recouvertes. On chasse l'excès de poudre en secouant puis en utilisant un jet d'air sec. On met alors les plaques en place en mettant au contact les surfaces revêtues de poudre et on place le poids de 500 g sur la plaque supérieure. On met en mouvement la plaque de base, les cordes limitant le mouvement de la plaque supérieure. Le premier essai avec les surfaces fraîchement préparées sert seulement à préparer les surfaces. On remet les plaques en place et on réalise des lectures au micromètre à cadran toutes les minutes.

On établit une courbe d'étalonnage en mesurant la déviation du ressort par rapport à la charge provoquant cette déviation

en fixant divers poids au ressort par l'intermédiaire d'une poulie. On vérifie à plusieurs reprises la fidélité du graphique d'étalonnage. Pour obtenir des résultats reproductibles, il est essentiel que les techniques soient standardisées en ce qui concerne en particulier le mode de revêtement des plaques et le ruban adhésif auto-collant.

On calcule les résultats comme suit :

$$U_k = \frac{F_k}{R}$$

10 où U_k = coefficient de frottement cinétique

F_k = résistance au frottement lors du glissement à régime constant

R = force perpendiculaire entre les surfaces au contact.

F_k est fourni par le graphique d'étalonnage - il représente le poids provoquant une déformation du ressort égale à celle observée.

R représente la force exercée vers le bas, c'est-à-dire 500 g + le poids de la plaque supérieure.

Un mode de réalisation préféré d'une poudre de toilette selon l'invention va maintenant être décrit à titre d'exemple.

EXEMPLE

On prépare une poudre de toilette ayant la composition suivante :

	talc de Venise 00000	98,4%
25	silicone	1,0
	parfum	0,6

Le parfum utilisé est pratiquement exempt d'alcools. La silicone utilisée est du diméthylpolysiloxane ayant une viscosité d'environ 10 cSt à 25°C.

30 On prépare la poudre de toilette de la façon suivante.

On tamise le talc dans un mélangeur "Gardner" de 200 kg à travers le couvercle du mélangeur et pendant la chute des particules de talc, on les pulvérise d'un parfum en utilisant un pistolet provoquant une bonne atomisation à travers un orifice ménagé dans la paroi du mélangeur. L'addition du parfum est achevée avant que tout le talc soit tombé dans le mélangeur. On mélange le talc et le parfum pendant 10 minutes.

On pulvérise la silicone avec un pistolet provoquant une

bonne atomisation sur le talc parfumé à travers un orifice ménagé dans le mélangeur. Lorsque l'addition de silicone est achevée, on poursuit le mélange pendant 30 minutes.

Immédiatement après préparation, puis plus tard, on détermine l'importance du revêtement des particules de talc selon le procédé précédemment décrit. On détermine également, en utilisant le procédé précédemment décrit, le coefficient cinétique de frottement de la poudre de toilette.

Après 30 minutes de mélange, les particules de talc sont revêtues de 60 % de silicone et après 14 jours de conservation, elles sont revêtues à 100 % de silicone.

On détermine le coefficient de frottement cinétique du talc de Venise 00000 et de plusieurs marques de poudres de toilette dénommées poudres 1 à 5 dans le tableau ci-dessous ainsi que celui de la poudre de toilette précédemment décrite (poudre X) en obtenant les résultats suivants :

	<u>Poudre</u>	<u>Coefficient de frottement cinétique</u>
	1	0,5383
	2	0,5302
20	3	0,5253
	4	0,4959
	5	0,4649
	talc de Venise 00000	0,4410
	"X"	0,4013

Il convient de noter que la poudre de toilette de l'invention a un coefficient de frottement cinétique inférieur de 9 % à celui du talc de Venise 00000 et bien inférieur à celui de la poudre la plus douce étudiée. Cette douceur ne se modifie pas même après 6 mois de conservation. La poudre de toilette est hydrophobe et confère ce caractère à la peau.

On reprend l'exemple ci-dessus en utilisant 1,5 % en poids de diméthylpolysiloxane et 97,9 % en poids de talc de Venise 00000, en obtenant un coefficient de frottement cinétique de la poudre de toilette encore plus faible de 0,3800, c'est-à-dire inférieur de 14,9 % à celui du talc de Venise 00000.

On conditionne la poudre dans un flacon de polyéthylène haute densité muni d'un bouchon de polypropylène. Après 9 mois de séjour à la température ordinaire, on n'observe pas d'alté-

REVENDICATIONS

- 1 - Poudre de toilette caractérisée en ce qu'elle a un coefficient de frottement inférieur d'au moins 5 % au coefficient de frottement cinétique du talc de Venise 00000.
- 2 - Poudre de toilette caractérisée en ce qu'elle a un coefficient de frottement inférieur d'au moins 10 % au coefficient de frottement cinétique du talc de Venise 00000.
- 3 - Poudre de toilette caractérisée en ce qu'elle a un coefficient de frottement inférieur d'au moins 14 % au coefficient de frottement cinétique du talc de Venise 00000.
- 4 - Poudre de toilette caractérisée en ce qu'elle est constituée d'un substrat particulaire dont au moins une partie des particules est revêtue au moins partiellement d'une silicone constituée de motifs siloxane, la silicone constituant au moins 0,3 % du poids de la poudre.
- 5 - Poudre suivant la revendication 4, caractérisée en ce que la silicone constitue de 0,3 à 1,5 % du poids de la poudre.
- 6 - Poudre suivant l'une des revendications 4 et 5, caractérisée en ce que la silicone est le diméthylpolysiloxane.
- 7 - Poudre suivant l'une des revendications 4 à 6, caractérisée en ce que la silicone a une viscosité d'environ 10 cSt à 25°C.
- 8 - Poudre suivant l'une des revendications 4 à 7, caractérisée en ce que le substrat est minéral.
- 9 - Poudre suivant la revendication 8, caractérisée en ce que le substrat est du talc.
- 10 - Poudre suivant la revendication 9, caractérisée en ce que le substrat est du talc de Venise 00000.
- 11 - Poudre suivant l'une des revendications 4 à 10, caractérisée en ce que les particules de substrat sont revêtues à 100 % avec de la silicone.
- 12 - Poudre suivant l'une des revendications 1 à 11, caractérisée en ce qu'elle contient un parfum.
- 13 - Poudre suivant la revendication 12, caractérisée en ce que le parfum constitue de 0,05 à 1,5 % du poids de la poudre parfumée.
- 14 - Poudre suivant l'une des revendications 12 et 13, caractérisée en ce que le parfum est pratiquement exempt d'alcools.

15 - Procédé de fabrication d'une poudre de toilette parfumée, caractérisé en ce qu'il consiste (a) à parfumer un substrat particulaire et (b) à revêtir au moins partiellement au moins une partie des particules du substrat parfumé d'une silicone.

16 - Procédé suivant la revendication 15, caractérisé en ce que dans le stade (a) on tamise le substrat et on pulvérise le parfum sur les particules qui tombent puis on mélange pour assurer une répartition régulière du parfum.

10 17 - Procédé suivant l'une des revendications 15 et 16 caractérisé en ce que dans le stade (b) on pulvérise la silicone sur le substrat en mélangeant, puis on poursuit le mélange lorsque la pulvérisation est achevée pour assurer une répartition régulière de la silicone.